

PN - DE19841556 C1 20000323
 PD - 2000-03-23
 PR - DE19981041556 19980911
 OPD - 1998-09-11
 TI - Evaporator for liquid sample material in which sample tubes are treated individually to permit automation and prevent cross-contamination
 AB - A sight-glass is fitted into the wall of the vessel, which, together with a sensor, allows supervision of the liquid level in the sample tube. The sample tube (18) fits inside a vessel (10,12) whose walls are electrically heated. The lid (12) is held on the body (10) by vacuum, possibly assisted by magnets. A seal (16) is provided between them. The vessel is held in stirrups (42) that allow it to be tilted. A motor-driven magnet (30) communicates with a magnet (32) inside the vessel. Magnet (32) forms part of a seat provided with a friction ring (36) on which the sample tube (18) sits. In operation the sample tube is rotated up to about 1000 rpm whilst heated air is blown at (20) onto the liquid surface to mix with the vapor before it is withdrawn by vacuum through pipe (24). A vacuum up to 500 millibar is provided. A full tube would start in an upright position but would then be tilted, and rotated at lower speeds, to spread a large liquid film onto the wall of the container.
 IN - BARKEY VOLKER [DE]
 PA - BARKEY VOLKER [DE]
 ICO - S01N1/40B
 EC - B01D3/08; B01D3/10; G01N1/40
 IC - G01N1/28; B01L7/00; B01D1/00; G01N35/02
 CT - DE4316163 C2 []; DE4113174 A1 [];
 DE4042059 A1 []; DE4008945 A1 [];
 DE29721308U U1 []; DE9103652U U1 [];
 US5100623 A []; US4226669 A [];
 US3304990 A []

TI - Evaporator for liquid sample material in which sample tubes are treated individually to permit automation and prevent cross-contamination.
 PR - DE19981041556 19980911
 PN - DE19841556 C1 20000323 DW200019 G01N1/28 004pp
 PA - (BARK-I) BARKEY V
 IC - B01D1/00 ;B01L7/00 ;G01N1/28
 IN - BARKEY V
 AB - DE19841556 NOVELTY - A sight-glass is fitted into the wall of the vessel, which, together with a sensor, allows supervision of the liquid level in the sample tube.
 - DETAILED DESCRIPTION - The sample tube (18) fits inside a vessel (10,12) whose walls are electrically heated. The lid (12) is held on the body (10) by vacuum, possibly assisted by magnets. A seal (16) is provided between them. The vessel is held in stirrups (42) that allow it to be tilted. A motor-driven magnet (30) communicates with a magnet (32) inside the vessel. Magnet (32) forms part of a seat provided with a friction ring (36) on which the sample tube (18) sits. In operation the sample tube is rotated up to about 1000 rpm whilst heated air is blown at (20) onto the liquid surface to mix with the vapor before it is withdrawn by vacuum through pipe (24). A vacuum up to 500 millibar is provided. A full tube would start in an upright position but would then be tilted, and rotated at lower speeds, to spread a large liquid film onto the wall of the container.
 - USE - Used as a sample evaporator.

- ADVANTAGE - The system is easily adapted to automatic operation. Using individual vessels prevents cross-contamination.
- DESCRIPTION OF DRAWING(S) - The drawing shows a schematic vertical section through the evaporator.
- evaporator vessel 10,12
- seal ring 16
- sample tube 18
- hot air inlet 20
- suction tube 24
- driven magnet 30
- responding magnet 32
- friction ring 36
- stirrups 42
- (Dwg.1/1)

OPD - 1998-09-11

AN - 2000-207162 [19]



⑯ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT

⑯ **Patentschrift**
⑯ DE 198 41 556 C 1

⑮ Int. Cl.⁷:
G 01 N 1/28
B 01 L 7/00
B 01 D 1/00
// G01N 35/02

⑯ Aktenzeichen: 198 41 556.7-52
⑯ Anmeldetag: 11. 9. 1998
⑯ Offenlegungstag: -
⑯ Veröffentlichungstag:
der Patenterteilung: 23. 3. 2000

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden

⑯ Patentinhaber:
Barkey, Volker, 33619 Bielefeld, DE

⑯ Vertreter:
TER MEER STEINMEISTER & Partner GbR
Patentanwälte, 33617 Bielefeld

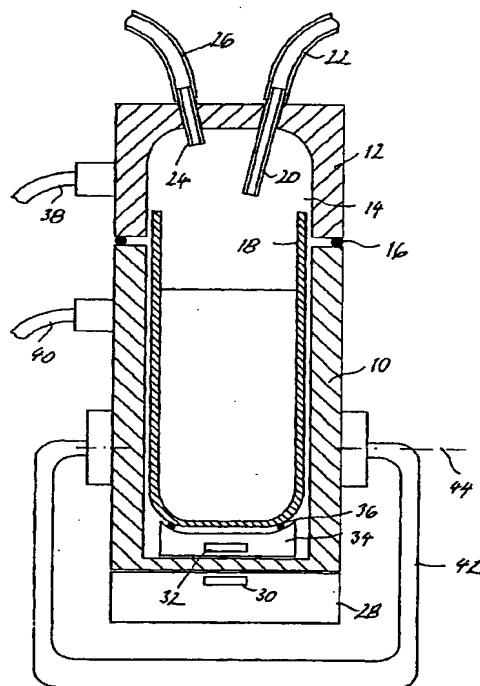
⑯ Erfinder:
gleich Patentinhaber

⑯ Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht
gezogene Druckschriften:
DE 43 16 163 C2
DE 41 13 174 A1
DE 40 42 059 A1
DE 40 08 945 A1
DE 297 21 308 U1
DE 91 03 652 U1
US 51 00 623 A
US 42 26 669
US 33 04 990

⑯ Eindampf-Vorrichtung für flüssiges Probenmaterial

⑯ Eine Eindampf-Vorrichtung für flüssiges Probenmaterial umfaßt:

- eine becherförmige Aufnahme (10) für ein Probengefäß (18), die eine integrierte Antriebseinrichtung (28, 30, 32) zum Drehen des Probengefäßes in der Aufnahme (10) sowie eine Heizeinrichtung (40) zur Erwärmung der Aufnahme (10) auf eine über Raumtemperatur liegende Temperatur (T1) aufweist;
- einen dicht schließenden, auf die Aufnahme (10) aufsetzbaren Deckel (12) mit integrierter Heizeinrichtung (38), die den Deckel (12) auf eine über Raumtemperatur liegende Temperatur (T2) erwärmt;
- eine Absaugeeinrichtung (24, 26) zur Erzeugung eines Unterdrucks in dem durch die Aufnahme (10) und den Deckel (12) gebildeten Raum (14); und
- ein Gaszuführsystem (20, 22) zum Einleiten eines Gases in diesen Raum zum Abtransport der Probendämpfe.



Beschreibung

Die Erfindung betrifft eine Eindampf-Vorrichtung für flüssiges Probenmaterial.

Eindampf-Vorrichtungen werden in Laboratorien verwendet, um ein Lösungsmittel von einem gelösten Stoff abzutrennen. Für diesen Zweck sind verschiedene Vorrichtungen entwickelt worden, denen zumeist der Nachteil gemeinsam ist, daß sie verhältnismäßig aufwendig sind und sich vor allem nur für die manuelle Durchführung einzelner Eindampfvorgänge eignen.

Bei umfangreichen Untersuchungen besteht jedoch oft das Problem, daß eine große Anzahl von Einzelproben in genau vorgegebener Taktfolge so rasch wie möglich eingedampft werden muß. Herkömmliche Geräte eignen sich nicht oder nur bedingt für derartige Untersuchungsverfahren. Beispieleweise kommt es bei den vielfach verwendeten Vakuumzentrifugen bei einer größeren Anzahl von Probengefäßen aufgrund unterschiedlicher Eindampfzeiten der Probenlösungen zu Unwuchtungen und damit Abschaltungen. Querkontaminationen zwischen den einzelnen Probengefäßen innerhalb des großen Rotorraums und die Luftabwälzung in diesem sind nicht ausgeschlossen. Bei sogenannten Vakuumkreisschüttlern ist ebenfalls eine Querkontamination innerhalb des großen Schüttelraumes nicht ausgeschlossen. Bei Rotationsverdampfern besteht der Nachteil einer umständlichen Handhabung.

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, eine Vorrichtung zum Eindampfen von Proben zu schaffen, die einfach aufgebaut und einfach in der Handhabung ist und sich für eine weitgehend automatisierte Arbeitsweise unter Einsatz eines Roboters eignet.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß gelöst durch eine Vorrichtung mit den Merkmalen des Anspruchs 1.

Die erfindungsgemäße Eindampf-Vorrichtung umfaßt eine becherförmige Aufnahme für ein Probengefäß, die eine integrierte Antriebseinrichtung zum Drehen des Probengefäßes in der Aufnahme sowie eine Heizeinrichtung zur Erwärmung der Aufnahme auf eine über Raumtemperatur liegende Temperatur T₁ aufweist, einen dicht schließenden, auf die Aufnahme aufsetzbaren Deckel mit integrierter Heizeinrichtung, die den Deckel auf eine über Raumtemperatur liegende Temperatur T₂ erwärmt, eine Absaugeinrichtung zur Erzeugung eines Unterdrucks in dem durch Aufnahme und Deckel gebildeten Raum, und ein Gaszufuhrsystem zum Einleiten eines Gases in diesen Raum zum Abtransport der Probendämpfe.

Während die Beheizung der Aufnahme dazu dient, das Verdampfen des Lösungsmittels zu fördern, soll durch Erwärmung des Deckels verhindert werden, daß das Lösungsmittel am Deckel oder im Bereich des Deckels wieder kondensiert. Die Temperatur des Deckels kann daher noch etwas höher liegen als diejenige der Aufnahme. Beispielsweise kann T₁ = 60°C und T₂ = 70°C betragen.

Da der Innenraum, der durch Aufnahme und Deckel gebildet wird, durch Absaugen auf einen Unterdruck gebracht wird, wird der Deckel fest an die Aufnahme gesaugt und diese damit dicht verschlossen. Zwischen Aufnahme und Deckel kann im übrigen eine geeignete Dichtung vorgesehen sein. Daneben können noch andere Mittel zur Festlegung des Deckels auf der Aufnahme vorgesehen sein, wie etwa Magneten oder mechanische Verbindungseinrichtungen. Im übrigen wird durch Absaugen des Innenraums nicht nur ein leichtes Vakuum hergestellt, sondern auch der entstehende Lösungsmitteldampf abgesaugt. Das Lösungsmittel kann an anderer Stelle durch Kondensieren wiedergewonnen werden, sofern eine weitere Verwendung möglich oder das Austritt an die Atmosphäre aus Gründen des Um-

weltschutzes zu verhindern ist.

Durch Rotation des Probengefäßes wird auf den inneren Wänden des Probengefäßes ein Flüssigkeitsfilm abgelagert. Bei Drehzahlen von beispielsweise 1 bis 1000 l/min. steigt

5 die Flüssigkeit an den inneren Wänden des Probengefäßes aufgrund der Zentrifugalkraft parabelförmig auf. Die dadurch entstandene Vergrößerung der Flüssigkeitsoberfläche fördert die Verdampfung, insbesondere in den Bereichen, in denen die Flüssigkeit nur noch einen dünnen Film auf der 10 Innenfläche des Probengefäßes bildet. Dies geschieht in besonderem Maße, wenn die Aufnahme zusammen mit dem Deckel und dem in der Aufnahme liegenden Probengefäß während der Drehung geneigt wird. Durch die Schräglage und die gleichzeitige Rotation des Probengefäßes entsteht 15 an dessen Innenwänden eine vergrößerte Flüssigkeitsfilm-Oberfläche, die aufgrund der Beheizung und der ständigen Absaugung sowie der Gaszufuhr rasch verdunstet. Wenn das Probengefäß während der Drehung zugleich geneigt wird, reichen niedrigere Drehzahlen des Probengefäßes aus.

20 Vorzugsweise wird mit abnehmender Flüssigkeitsmenge die Drehzahl zurückgenommen und das Probengefäß aus der senkrechten in die Schräglage gebracht.

Da das Probengefäß somit einerseits verhältnismäßig rasch gedreht werden kann, andererseits aber auch in eine

25 geneigte Stellung gebracht werden kann, bestehen zahlreiche Möglichkeiten zur Beschleunigung des Verdampfungsprozesses. Solange das Probengefäß relativ voll ist, ist es nicht sinnvoll, das Gefäß zu neigen, da das Gefäß schon bei relativ geringer Winkelstellung überlaufen würde. In dieser 30 Situation wird das Gefäß daher um die senkrechte Achse gedreht, und zwar mit einer Drehzahl, die relativ hoch liegt und so hoch gewählt sein kann, wie es die jeweils vorhandene Flüssigkeitsmenge erlaubt. Mit abnehmender Flüssigkeitsmenge läßt sich die Flüssigkeit bei geeigneter Erhöhung der Drehzahl weit an den inneren Wänden des Probengefäßes in einer relativ dünnen Schicht hochziehen. Bei geringen Flüssigkeitsmengen kann es jedoch noch effektiver sein, das Probengefäß in eine stark geneigte Stellung zu bringen und relativ langsam zu drehen. Diese Abläufe sind 35 40 relativ leicht mit Hilfe eines geeigneten Programms festzulegen, so daß ein weitgehend automatischer Betrieb ermöglicht wird.

Das zugeführte Gas kann seinerseits vorgewärmt sein.

Das Verhältnis zwischen der Gaszufuhr und dem Absaugen des Innenraums wird so eingestellt, daß ein gewünschter Unterdruck im Inneren der Aufnahme erhalten bleibt.

Der Antrieb zur Drehung des Probengefäßes in der Aufnahme kann beispielsweise einen Motor unterhalb des Probengefäßes umfassen, der magnetisch mit einem Drehsteller am inneren Boden der Aufnahme gekoppelt ist.

Vorzugsweise befindet sich in der Wand der Aufnahme ein Sichtfenster, durch das der Verlauf des Verdampfungsverganges beobachtet werden kann.

Die erfindungsgemäße Vorrichtung ermöglicht ein weitgehend automatisches Arbeiten. Mit Hilfe eines Roboters

55 kann ein Probengefäß, das beispielsweise über einen Förderer zugeführt wird, in die Aufnahme eingesetzt werden. Eine Hebevorrichtung kann den Deckel auf die Aufnahme absenken und anschließend wieder nach oben zurückfahren, nachdem beispielsweise der Deckel durch Anlegen des Vakuums ausreichend gehalten wird. Sodann kann die Aufnahme mit

60 Hilfe einer geeigneten Steuerung in Schräglage gebracht werden, und das Probengefäß kann gedreht werden. Sensoren können den Verlauf des Verdampfungsverganges überwachen. Ist dieser Vorgang beendet, so können der Drehantrieb abgeschaltet und die Aufnahme in die senkrechte Stellung zurückgeschwenkt werden. Der Deckel kann automatisch geöffnet und das Probengefäß mit Hilfe eines Roboters

65

entnommen werden.

Da nach der vorliegenden Erfindung die Probengefäße einzeln in jeweils eine Aufnahme eingesetzt werden und diese durch den Deckel verschlossen wird, scheidet eine Querkontamination zwischen mehreren gleichzeitig eingedampften Proben aus. Eine Sichtkontrolle der Restmenge der Flüssigkeit lässt sich leicht durchführen.

Im folgenden werden bevorzugte Ausführungsbeispiele der Erfindung anhand der beigefügten Zeichnung näher erläutert.

Die einzige Figur zeigt einen schematischen senkrechten Schnitt durch eine erfundungsgemäße Vorrichtung.

In der Zeichnung ist eine becherförmige Aufnahme mit 10 bezeichnet. Die Aufnahme 10 bildet zusammen mit einem Deckel 12 einen Hohlraum 14, der durch eine zwischen der Aufnahme und dem Deckel liegende Dichtung 16 dicht abgeschlossen wird. In der Aufnahme 10 befindet sich gemäß der Zeichnung ein Probengefäß 18, das eine einzudampfende Probenflüssigkeit enthält.

Durch den Deckel 12 tritt einerseits ein Blasrohr 20 ein, 20 das auf die Oberfläche der Probenflüssigkeit gerichtet ist und auf der Außenseite des Deckels mit einem Schlauch 22 in Verbindung steht, der mit einer Druckgasquelle, insbesondere Druckflüssigkeiten verbunden ist. Durch das Blasrohr 20 wird ein Gas, das vorzugsweise vorgewärmt ist, auf die 25 Oberfläche der Probenflüssigkeit geblasen. Dadurch wird der Verdampfungsvorgang gefördert und entstandene geringe Dampfmengen werden unverzüglich abtransportiert. Weiterhin tritt in den Deckel 12 ein Saugrohr 24 ein, das auf der Außenseite des Deckels ebenfalls mit einem Schlauch 30 26 verbunden ist, der mit einer Unterdruckquelle, etwa einer Vakuumpumpe, verbunden ist. Diese Vakuumpumpe ist so ausgelegt, daß trotz der Gaszufuhr über das Blasrohr 20 in dem Hohlraum 14 ein Vakuum von beispielsweise 100 bis 35 500 Millibar aufrechterhalten wird.

Unterhalb der Aufnahme 10 befindet sich ein kastenförmiges Gehäuse, in dem sich ein Motor 28 befindet. Dieser Motor dreht einen lediglich angedeuteten Magneten 30, der mit einem Magneten 32 im Inneren der Aufnahme 10 und hier innerhalb eines Drehtellers 34 zusammenwirkt. Der Drehteller 34 weist eine schalenförmige Oberfläche auf, in die am Rand ein umlaufender Silikonring 36 eingelassen ist. Auf diesem Silikonring 36 steht das Probengefäß 18, das aufgrund der Reibung, die zwischen dem Silikonring 36 und dem Probengefäß besteht, durch den Drehteller 34 in Drehung versetzt werden kann. Der Drehteller 34 ist am Boden der Aufnahme 10 in geeigneter, nicht gezeigter Weise drehbar gelagert. Im übrigen können nicht gezeigte Führungen vorgesehen sein, die dafür sorgen, daß das Probengefäß 18 auch bei geneigter Stellung der Aufnahme 10 ausreichend leichtgängig für eine Drehung um seine Längsachse geführt wird.

Die Zeichnung zeigt im übrigen Leitungen 38 und 40, die in den Deckel 12 einerseits und die Aufnahme 10 andererseits eintreten. Dabei kann es sich beispielsweise um Versorgungsleitungen von in den Deckel und die Aufnahme eingeblatteten elektrischen Heizelementen handeln. Die Art dieser Heizelemente ist unerheblich, jedoch sollten sie in jedem Falle eine relativ genaue Temperaturregelung ermöglichen.

In der Zeichnung ist im übrigen schematisch eine bügelförmige Halterung 42 angedeutet, in der die Aufnahme 10 aufgehängt ist und die eine Schwenkung der Aufnahme 10 um eine waagerechte Achse 44 ermöglicht.

In der vorangegangenen Beschreibung ist davon ausgegangen worden, daß der Deckel 12 auf der Aufnahme durch 60 das im Innenraum gebildete Vakuum gehalten wird. Alternativ oder zusätzlich kann der Deckel auch magnetisch oder durch mechanische Verbindungsmittel gehalten sein.

Die erfundungsgemäße Vorrichtung ermöglicht eine weitgehend automatisierte Arbeitsweise. Die Drehung und ggfs. auch Schwenkung des Probengefäßes kann nach einem vorgegebenen Programm erfolgen, das im übrigen in Abhängigkeit von der Flüssigkeitsmenge und der Flüssigkeitsart variiert werden kann. Dies gilt auch für den Betrieb der Vakuumpumpe, die den Innenraum der Aufnahme absaugt, und für die Steuerung der Gaszufuhr. Selbst das Abheben und Aufsetzen des Deckels und das Einsetzen und Entnehmen des Probengefäßes lässt sich mit einem geeigneten Robotersystem lösen.

Patentansprüche

1. Eindampf-Vorrichtung für flüssiges Probenmaterial, mit:

- einer becherförmigen Aufnahme (10) für ein einzelnes Probengefäß (18), die eine integrierte Antriebseinrichtung (28, 30, 32) zum Drehen des Probengefäßes in der Aufnahme (10) um seine Achse sowie eine Heizeinrichtung (40) zur Erwärmung der Aufnahme (10) auf eine über Raumtemperatur liegende Temperatur (T1) aufweist;
- einem dicht schließenden, auf die Aufnahme (10) aufsetzbaren Deckel (12), der mit der Aufnahme (10) einen dicht geschlossenen Hohlraum (14) bildet;
- einer in den Deckel integrierten Heizeinrichtung (38), die den Deckel (12) auf eine über Raumtemperatur liegende Temperatur (T2) erwärmt;
- einer Absaugeeinrichtung (24, 26) zur Erzeugung eines Unterdrucks in dem durch die Aufnahme (10) und den Deckel (12) gebildeten Raum (14); und
- einem Gaszufuhrsystem (20, 22) zum Einleiten eines Gases in diesen Raum zum Abtransport der Probendämpfe.

2. Eindampf-Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Aufnahme (10) um eine waagerechte Achse (44) kippbar ist.

3. Eindampf-Vorrichtung nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Antrieb (28, 30, 32) zum Drehen des Probengefäßes (18) einen Motor (28) unterhalb der Aufnahme (10) umfaßt, der magnetisch mit einem das Probengefäß aufnehmenden Drehteller (34) im Inneren der Aufnahme (10) gekoppelt ist.

4. Eindampf-Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß in der Wand der Aufnahme (10) ein Sichtfenster vorgesehen ist.

5. Eindampf-Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß in der Aufnahme (10) ein Sensor zur Überwachung des jeweiligen Füllstands im Probengefäß (18) vorgesehen ist.

6. Eindampf-Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Antriebseinrichtung (28, 30, 32) auf Drehzahlen in der Größenordnung von 1 bis 1000 l/min. ausgelegt ist.

7. Eindampf-Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß Haltemagneten zum Verbinden des Deckels (12) mit der Aufnahme (10) vorgesehen sind.

